

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 803 552 B2

(12)

NEUE EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Entscheidung über den
Einspruch:
15.01.2003 Patentblatt 2003/03

(51) Int Cl.7: **C09D 5/36, C09D 17/00**

(45) Hinweis auf die Patenterteilung:
10.05.2000 Patentblatt 2000/19

(21) Anmeldenummer: 97104851.7

(22) Anmeldetag: 21.03.1997

(54) Verfahren zur Herstellung einer Perlglanzpigment-Zubereitung

Process for preparing a composition of pearlescent pigments

Procédé de préparation de la composition contenant des pigments nacrés

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE ES FR GB IT

(30) Priorität: 24.04.1996 DE 19616287

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
29.10.1997 Patentblatt 1997/44

(73) Patentinhaber: ECKART-WERKE STANDARD
BRONZEPULVER-WERKE
CARL ECKART GMBH & CO.
D-90763 Fürth (DE)

(72) Erfinder:
• Kaupp, Günter, Dr.
91284 Neuhaus (DE)

• Sommer, Günter, Dr.
91207 Lauf (DE)

(74) Vertreter:
LOUIS, PÖHLAU, LOHRENTZ & SEGETH
Postfach 3055
90014 Nürnberg (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 523 567 EP-A- 0 633 299
WO-A-85/00614 WO-A-93/11199
DE-A- 2 603 211 DE-A- 3 627 329
US-A- 3 708 318

EP 0 803 552 B2

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Perlglanzpigment-Zubereitung (Präparation) als Vorprodukt für eine Perlglanzpigment enthaltende Druckfarbe.

[0002] Perlglanzpigment ist gewöhnlich staub- oder pulverförmig im Handel. Für die Verarbeitung in der Druckfarbe wird das Perlglanzpigment mit einer Bindemittel-Lösung und gegebenenfalls drucküblichen Additiven vermischt und die Mischung auf die für die Applikation im Druckverfahren erforderliche Viskosität eingestellt. Zur Erzielung des für Perlglanzpigment typischen weichen Glanzeffekts auch in der Druckfarbe ist eine möglichst gleichmäßige Verteilung und Orientierung der Perlglanzpigment-Teilchen in dem Bindemittel erforderlich.

Prinzipiell sind bei jeder Verarbeitung von Perlglanzpigmenten hohe Scherkräfte zu vermeiden. Daher muß das Perlglanzpigment vor dem eigentlichen Dispergiervorgang zur Herstellung der Druckfarbe über mehrere Stunden mit Lösemittel vorbehandelt werden (sog. "Sumpfen"). Dieser Vorgang ist zeit- und damit auch kostenaufwendig. Trotz der Vorbehandlung durch "Sumpfen" und Rühren kann die gewünschte gleichmäßige Dispersion nicht immer erreicht werden und dadurch auch der Druck nicht voll befriedigen.

[0003] Die EP 523 567 A1 schlägt die Verwendung von Perlglanzpigment für eine wasserverdünnbare Druckfarbe vor, zu deren Formulierung das Pigment langsam mit dem Bindemittel verrührt wird. Als Applikationsverfahren für diese Druckfarben ist die Verarbeitung aus dem Lackwerk einer Offsetmaschine oder aus einem Flexodruckwerk bevorzugt. Das Perlglanzpigment wird u. a. in Form eines mit Titandioxid beschichteten Glimmerschuppenpigments eingesetzt, das unter der Marke Iridin® erhältlich ist.

[0004] In der EP 633 299A2 ist die Verwendung von Perlglanzpigmenten für eine niedrigviskose Offset-Druckfarbe beschrieben. Die Herstellung der Offset-druckfarben-Zubereitung erfolgt durch Dispergierung des Perlglanzpigments in der Farbe mit Hilfe einer Kugelmühle, Sandmühle oder eines Walzenstuhles (Dreiwalzen), gegebenenfalls bei unterschiedlichen Dispergiertemperaturen. Dabei werden die Pigmentteilchen vom Bindemittel umhüllt. Die aus den Geräten auslaufenden Mahlpasten werden anschließend mit den Additiven zum fertigen Produkt versetzt. Auch diese Art der Dispergierung muß aufgrund der Empfindlichkeit der Pigmentteilchen gegen mechanische Scherkräfte außerordentlich sorgfältig und langsam ablaufen.

[0005] Aus DE 36 27 329 A1 ist schon eine Perlglanzpigment enthaltende Pigmentpräparation zum Einfärben von insbesondere thermoplastischen Kunststoffen bekannt, bei der das Perlglanzpigment mit einem Polyester/Polyurethan-Blockcopolymer mit tertiären Aminogruppen beschichtet ist, um dadurch eine gute Dispergierbarkeit zu erzielen. Hierzu wird das Perlglanzpig-

ment unter langsamer Bewegung mit dem genannten Blockcopolymer benetzt, um die Pigmentblättchen nicht zu zerstören, gegebenenfalls ein Lösungsmittel entfernt und anschließend eine pulverförmige frei fließende Perlglanzpigment-Präparation erhalten, die gegebenenfalls nur noch gesiebt werden muß. Die Perlglanzpigment-Präparation kann danach unmittelbar ohne weitere Vorbehandlung in thermoplastische Polymere eingearbeitet werden und weist zu diesen eine gute Verträglichkeit auf. Diese Präparation ist jedoch für Druckfarben nicht geeignet, weil das Polyester/Polyurethan-Blockcopolymer nicht filmbildend ist.

[0006] Aufgabe der Erfindung ist es daher, Perlglanzpigment für Druckfarben in einer Form bereitzustellen, daß dadurch die eigentliche Herstellung der Druckfarbe erheblich erleichtert und vereinfacht wird und vor allem die erwartete Druckqualität, d.h. ein hervorragender Perlglanzeffekt erreicht wird.

[0007] Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß das Perlglanzpigment durch das im Anspruch 1 angegebene Verfahren zu einem teilchenförmigen Vorprodukt der Druckfarbe vorbereitet wird.

[0008] Es hat sich überraschend herausgestellt, daß durch eine Vorbenetzung der Perlglanzpigment-Teilchen mit demjenigen Bindemittel, das für die zu verarbeitende Druckfarbe erforderlich oder erwünscht ist, eine erheblich raschere und gleichmäßigere Dispergierung der Pigmentteilchen in der bei der eigentlichen Herstellung der Druckfarbe herangezogenen Bindemittel-Lösung stattfindet. Neben einer Zeitersparnis und damit verbundenen Flexibilisierung für den Anwender führt dies zu einer deutlichen Verbesserung des angestrebten Perlglanzes im Druck. Überraschend ist dies deshalb, weil angesichts des Vorliegens der Perlglanzpigment-Präparation in grober Teilchenform ein intensiverer Mischvorgang zu erwarten ist, um eine hinreichend gleichmäßige Dispersion zu erzielen. Entscheidend dafür scheint die Vorbenetzung der Pigmentteilchen mit dem entsprechenden Bindemittel zu sein, die überraschenderweise trotz Überführung der Paste in eine kompakte Teilchenform erhalten bleibt. Offensichtlich führt die dabei auftretende Pressung oder Verdichtung der Paste sogar zu einer besonders innigen Vorbenetzung der Pigmentteilchen mit dem Bindemittel.

[0009] Als Bindemittel zur Vorbenetzung des Perlglanzpigments kommen alle üblicherweise für Druckfarben in Frage kommenden Bindemittel bzw. Bindemittelgemische in Betracht, soweit diese gleich oder zumindest verträglich mit dem jeweils zum Einsatz kommenden Bindemittelsystem der Druckfarbe sind. Somit können Bindemittel auf der Basis von Cellulose, Polyacrylat-Polymethacrylat-, Alkyd-, Polyester-, Polyphenol-, Harnstoff-, Melamin-, Polyterpen-, Polyvinyl-, Polyvinylchlorid-, Polyvinylpyrrolidon-Harzen, Polystyrolen, Polyolefinen, Cumaron-Inden-, Kohlenwasserstoff-, Keton-, Aldehyd-, Aromaten-Formaldehyd-Harzen, Carbamidsäure-, Sulfonamid-, Epoxid-Harzen, Polyurethanen und/oder natürlichen Ölen oder Derivaten der ge-

nannten Substanzen eingesetzt werden. Eine besonders gute Redispersierbarkeit der erfindungsgemäßen Perlglanzpigment-Präparation hat sich gezeigt, wenn als Bindemittel Cellulose bzw. Celluloseverbindungen eingesetzt werden. Cellulose bzw. Celluloseverbindungen führen ersichtlich zu einer intensiven Vorbenetzung der Perlglanzpigment-Teilchen und ergeben damit ein Druckfarben-Vorprodukt, das sich wiederum in einer damit verträglichen Bindemittel-Lösung bei der Herstellung der Druckfarbe rasch dispergieren läßt. Dies gilt insbesondere für die Vorbenetzung mit Celluloseverbindungen da diese offenbar einerseits die Bindung der an die Teilchen des Perlglanzpigments, andererseits die Bildung der Paste unterstützen, aus der durch Kompaktieren die Präparation in Teilchenform erzeugt wird.

[0010] Zu der Gruppe der Cellulose bzw. Celluloseverbindungen, die sich als besonders für das erfindungsgemäße Verfahren eignen, zählen Cellulosenitrat, Alkylcellulose, Hydroxycellulose, Hydroxialkylcellulose und Celluloseacetobutyrat.

[0011] Die eingesetzte Menge an Bindemittel ist nicht kritisch und liegt im Bereich von 0,5 bis 45 Gew.-%, bevorzugt 2 bis 15 Gew.-%.

[0012] Von Bedeutung ist jedoch die durch Zugabe von Lösemittel für das Bindemittel eingestellte Viskosität der Mischung vor der Formung der Präparation-Teilchen durch Kompaktieren zur Teilchenform, da bei zu hohem Lösemittelgehalt der Mischung die Perlglanzpigmente stark zur Separation von der Bindemittel-Lösung neigen, während bei einer zu hohen Viskosität die Benetzung unvollständig und die Formung von Teilchen beträchtlich erschwert ist.

[0013] Die Überführung der Perlglanzpigment-Paste in eine kompakte Teilchenform kann nach unterschiedlichen, dem Fachmann geläufigen Verfahren erfolgen, nämlich durch Tablettieren, Brikettieren, Pelletieren, Granulieren oder Sprühgranulieren. In allen diesen Fällen wird auf die Paste in einem mehr oder weniger viskosen Zustand eine Pressung ausgeübt, die die eingangs geschilderte Vorbenetzung der Pigmentteilchen mit dem Bindemittel unterstützt. Entsprechend haben die Teilchen die Form von Tabletten, Briketts, Pellets, Granulat, Kugeln, Würstchen oder eine sonstige entsprechende grobkörnige Form. Besonders bevorzugt als Kompaktierungsvorgang ist ein Verpressen oder Extrudieren.

[0014] Bei einem Pressen der Mischung oder Paste aus Perlglanzpigment und Bindemittel-Lösung durch eine Lochplatte, das entweder chargenweise mittels Kolben oder kontinuierlich durch einen Extruder erfolgt, entstehen Teilchen in Würstchenform. Durch die entsprechende Einstellung der Viskosität der Mischung kann dafür gesorgt werden, daß die Länge der Teilchen sich durch Abbrechen oder Abreißen beim Austreten aus der Lochplatte selbsttätig reguliert. Das Abtrennen der aus der Lochplatte austretenden Pastenstränge zu Teilchen kann jedoch auch in bekannter Weise durch mechanische Einwirkung, z. B. durch umlaufende

Trennmesser, erfolgen. Das Pelletieren oder Granulieren erfolgt in bekannter Weise auf Pelletiertellern oder in Granulierbehältern und führt in der Regel zu kugelförmigen Präparation-Teilchen. Die zunächst im Wege des Pressens durch eine Lochplatte hergestellten Teilchen können zusätzlich anschließend im Wege des Pelletierens oder Granulierens nachgeformt werden. Ein Tablettieren oder Brikettieren erfolgt durch Pressen der Paste in entsprechenden Formen.

[0015] Durch die anschließend an das Formen der Präparation-Teilchen erfolgende Trocknung wird das im Bindemittel enthaltene Lösemittel weitgehend entfernt, so daß die Präparation-Teilchen einerseits eine hinreichende mechanische Widerstandsfähigkeit zeigen, um bei der Handhabung und beim Transport ihre Form zu behalten, andererseits bei dem Kontakt mit einer Bindemittel-Lösung schon bei geringster mechanischer Einwirkung (Umrühren) rasch zerfallen und dadurch dispergieren.

[0016] Wenn das Bindemittel nach der Entfernung des Lösemittels noch hinreichend viskos ist, um das Kompaktieren der Paste zur Teilchenform zu gestatten, kann daran gedacht sein, schon vor dem Kompaktieren durch Trocknen das Lösemittel aus der Paste zu entfernen. Gegebenenfalls kann durch eine Temperaturerhöhung der Paste die Viskosität für den Kompaktierungsvorgang verringert werden.

[0017] Die Art der Trocknung der durch das Kompaktieren hergestellten Teilchen bzw. der Paste und das dadurch erfolgende Austreiben des Lösungsmittels ist im wesentlichen abhängig von der Art des verwendeten Lösungsmittels. Da die meisten der hier in Frage kommenden Lösungsmittel, insbesondere in Verbindung mit der Cellulose als Bindemittel, unter dem Erweichungspunkt des Bindemittels flüchtig sind, läßt sich die Trocknung bei erhöhter Temperatur durchführen. Dabei kann im Fall der Trocknung der Teilchen daran gedacht werden, die Temperatur nahe am Erweichungspunkt des Bindemittels zu wählen, um dadurch eine zumindest in einer Randschicht der Teilchen einsetzende Sinterung der mit dem Bindemittel vorbenetzten bzw. beschichteten Perlglanzpigment-Teilchen zu bewirken. Hierdurch wird die Formbeständigkeit der Präparation-Teilchen für die Handhabung und die Dauer des Transports verbessert.

[0018] Die vorliegende Erfindung befaßt sich auch mit Perlglanzpigment auf Basis von Glimmer, wie z. B. Muskovit, Biotit oder synthetischem Glimmer, mit einer TiO_2 und/oder Fe_2O_3 -Beschichtung. Gegebenenfalls können darüber hinaus noch weitere Metalloxidschichten der Reihe B, Al, Si, Cr, Sn, Zn, Zr oder Ce enthalten sein. Ebenso ist es möglich Perlglanzpigment mit einer Beschichtung von Titansuboxiden, Titanoxinitriden und Titanitriden oder Mischungen davon zu verwenden.

Zusätzlich zur Metalloxidbeschichtung kann auch eine Belegung mit farbgebenden Pigmenten oder Farbstoffen auf dem Perlglanzpigment vorhanden sein. Außerdem ist eine derartige koloristische Ausgestaltung durch

Abmischen der Perlglanzpigmente mit farbgebenden Substanzen bei der Anpassung realisierbar.

[0019] Im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens lassen sich auch Abmischungen von Perlglanzpigmenten und Metallpigmenten in der gewünschten Präparation herstellen, da sich gezeigt hat, daß ein gewisser Anteil an Metallpigmenten den Einfluß der Vorbenetzung mit dem Bindemittel nicht beeinträchtigt. Jedoch soll der Anteil an Metallpigmenten nicht mehr als 20 Gewichts-% des Perlglanzpigment-Anteils betragen. Als Metallpigmente eignen sich alle im Effektpigmentsektor gängigen Metalle wie Aluminium, Kupfer, Zink, Zinn und ihre Legierungen. Aluminium- und Goldbronzepigmente sind hierfür bevorzugt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer Perlglanzpigment-Zubereitung (Präparation), bei dem Perlglanzpigment mit einem Bindemittel und gegebenenfalls mit einem Lösungsmittel und/oder Additiven angepasst wird, wobei alle Komponenten mit dem Applikationssystem der Präparation verträglich sind und das gegebenenfalls zugegebene Lösungsmittel, wieder entfernt wird, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Paste in eine kompakte Teilchenform mit einer Teilchengröße von 0,2 bis 80 µm gebracht und in dieser Form anschließend von dem Lösungsmittel befreit wird oder zunächst von dem Lösungsmittel befreit und anschließend in die kompakte Teilchenform gebracht wird und daß die Perlglanzpigment-Zubereitung als Vorprodukt für eine Perlglanzpigment enthaltende Druckfarbe dient.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** als Bindemittel eine Celluloseverbindung aus der Gruppe Cellulose-Nitrat, Alkylcellulose, Hydroxycellulose, Hydroxialkylcellulose und Celluloseacetobutyrat verwendet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Paste in eine grobkörnige Form gebracht wird.
4. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Formgebung der Paste durch Tabletieren, Brikettieren, Pelletieren, Granulieren, Sprühgranulieren oder Extrudieren erfolgt.
5. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Formgebung der Paste durch Abtropfen oder durch Formgießen erfolgt.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Bindemittel in einer Menge von 0,5 bis 45 Gew.-%, vorzugsweise von 2 bis 15 Gew.-%, bezogen auf das Perlglanz-

pigment, eingesetzt wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Paste vor oder nach dem Kompaktieren durch Trocknen unter vermindertem Druck und/oder bei erhöhter Temperatur von dem Lösungsmittel befreit wird.
8. Verfahren nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Teilchen während des Trocknungsvorganges zumindest teilweise gesintert werden.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, daß** das eingesetzte Perlglanzpigment ein Standard-Pigment auf Basis von Glimmer, bevorzugt Muskovitglimmer, mit einer TiO_2 - und/oder Fe_2O_3 -Beschichtung und gegebenenfalls noch weiteren Metalloxidschichten der Reihe B, Al, Cr, Si, Sn, Zn, Zr oder Ce ist.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, daß** das eingesetzte Perlglanzpigment ein Standard-Pigment auf Basis von Glimmer, bevorzugt Muskovitglimmer, mit einer Beschichtung von Titan-Suboxiden und/oder Titanoxinitriden und/oder Titanitriden ist.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, daß** das eingesetzte Perlglanzpigment ein Standard-Pigment auf Basis von Glimmer, bevorzugt Muskovitglimmer, mit einer Metalloxidbeschichtung ist und eine weitere Belegung mit farbgebenden Pigmenten oder Farbstoffen besitzt.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Perlglanzpigment-Zubereitung eine Mischung von 80 bis 99,5 Gew.% Perlglanzpigment und 0,5 bis 20 Gew.% Metalleffekt-Pigmenten auf Basis von Al, Cu und Legierungen davon ist.
13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Perlglanzpigment-Zubereitung auch Farbpigmente oder Farbstoffe im Bereich von 0,1 bis 30 Gew.-%, bezogen auf das Perlglanzpigment, enthalten kann.
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Bindemittel gleich dem Bindemittel der Druckfarbe ist.

Claims

1. A process for the production of a pearlescent pig-

ment composition (preparation), in which pearlescent pigment is made into a paste with a binding agent and optionally with a solvent and/or additives, wherein all components are compatible with the preparation application system and the solvent which is optionally added is removed again, **characterised in that** the paste is put into a compact particle form of a particle size of 0.2 to 80 mm and then **in that** form freed of the solvent or that the paste is firstly freed of the solvent and then put into the compact particle form, and that the pearlescent pigment composition serves as a pre-product for a printing ink containing pearlescent pigment.

2. A process as set forth in claim 1 **characterised in that** the binding agent used is a cellulose compound from the group consisting of cellulose nitrate, alkyl cellulose, hydroxy cellulose, hydroxyalkyl cellulose and cellulose acetobutyrate.
3. A process as set forth in claim 1 or claim 2 **characterised in that** the paste is put into a coarse-grain form.
4. A process as set forth in claim 3 **characterised in that** the operation of shaping the paste is effected by tableting, briquetting, pelleting, granulating, spray-granulating or extruding.
5. A process as set forth in claim 3 **characterised in that** the operation of shaping the paste is effected by dropping off or by moulding.
6. A process as set forth in one of claims 1 to 5 **characterised in that** the binding agent is used in an amount of 0.5 to 45% by weight, preferably 2 to 15% by weight, with respect to the pearlescent pigment.
7. A process as set forth in one of claims 1 to 6 **characterised in that** the paste is freed of the solvent prior to or after the compacting operation by drying at reduced pressure and/or at elevated temperature.
8. A process as set forth in claim 7 **characterised in that** the particles are at least partially sintered during the drying operation.
9. A process as set forth in one of claims 1 to 8 **characterised in that** the pearlescent pigment used is a standard pigment based on mica, preferably muscovite mica, with a TiO₂- and/or Fe₂O₃-coating and possibly also further metal oxide layers of the series B, Al, Cr, Si, Sn, Zn, Zr or Ce.
10. A process as set forth in one of claims 1 to 8 **characterised in that** the pearlescent pigment used is a standard pigment based on mica, preferably mus-

covite mica, with a coating of titanium suboxides and/or titanium oxynitrides and/or titanium nitrides.

11. A process as set forth in one of claims 1 to 8 **characterised in that** the pearlescent pigment used is a standard pigment based on mica, preferably muscovite mica, with a metal oxide coating, and has a further covering with colouring pigments or dyes.
12. A process as set forth in one of claims 1 to 11 **characterised in that** the pearlescent pigment composition is a mixture of 80 to 99.5% by weight of pearlescent pigment and 0.5 to 20% by weight of metal effect pigments based on Al, Cu and alloys.
13. A process as set forth in one of claims 1 to 12 **characterised in that** the pearlescent pigment composition can also contain colour pigments or dyes in the range of 0.1 to 30% by weight with respect to the pearlescent pigment.
14. A process as set forth in one of claims 1 to 13 **characterised in that** the binding agent is the same as the binding agent of the printing ink.

Revendications

1. Procédé pour la fabrication d'une préparation d'une composition à base de pigments nacrés, du type dans laquelle le pigment nacré est mis en pâte avec un agent de liaison et éventuellement avec un agent dissolvant et/ou des additifs, tous les composants étant compatibles avec le système d'application de la composition, et l'agent dissolvant introduit éventuellement étant ensuite éliminé, **caractérisé en ce que** la pâte est amenée à une forme particulière compacte dont les particules ont une taille de 0,2 à 80 mm, et est amenée à cette forme particulière compacte juste après élimination de l'agent dissolvant ou juste avant élimination de l'agent dissolvant, et **en ce que** la préparation à base de pigments nacrés sert de produit de départ pour un colorant d'impression contenant des pigments nacrés.
2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** l'on utilise comme agent de liaison un composé cellulosique choisi dans le groupe constitué par le nitrate de cellulose, les alkylcellulose, l'hydroxycellulose, les hydroxyalkylcellulose, et l'acétobutyrate de cellulose.
3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce que** la pâte est amenée à une forme à grains grossiers.
4. Procédé selon la revendication 3, **caractérisé en ce que** la forme donnée à la pâte résulte d'une mise

en tablettes, d'une mise en briquettes, d'une mise en pellets, d'une granulation, d'une atomisation ou d'une extrusion.

14. Procédé selon l'une des revendications 1 à 13, **caractérisé en ce que** l'agent de liaison constitue en même temps le liant de la matière colorante.

5. Procédé selon la revendication 3, **caractérisé en ce que** la forme donnée à la pâte résulte d'un égouttage ou d'un moulage par coulée. 5
6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, **caractérisé en ce que** l'agent de liaison est introduit à raison de 0,5 à 45% en poids, de préférence de 2 à 15% en poids par rapport au pigment nacré. 10
7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, **caractérisé en ce que** la pâte est débarrassée de l'agent dissolvant avant ou après le compactage, par séchage sous pression réduite et/ou à température élevée. 15
8. Procédé selon la revendication 7, **caractérisé en ce que** les particules sont au moins partiellement frittées au cours du processus de séchage. 20
9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, **caractérisé en ce que** le pigment nacré introduit est un pigment standard à base de mica, de préférence de muscovite, comportant une couche de TiO_2 et/ou de Fe_2O_3 et éventuellement des couches additionnelles d'oxydes métalliques de la série de B, Al, Cr, Si, Sn, Zn, Zr ou Ce. 25
30
10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, **caractérisé en ce que** le pigment nacré introduit est un pigment standard à base de mica, de préférence de muscovite, comportant une couche de sous-oxyde de titane et/ou d'oxynitrures de titane et/ou de nitrures de titane. 35
11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, **caractérisé en ce que** le pigment nacré introduit est un pigment standard à base de mica, de préférence de muscovite, comportant une couche d'oxyde métallique et un revêtement additionnel de pigments colorants ou de matières colorantes. 40
45
12. Procédé selon l'une des revendications 1 à 11, **caractérisé en ce que** la préparation à base de pigments nacrés consiste en un mélange de 80 à 99,5% en poids de pigment nacré et de 0,5 à 20% en poids de pigments à effet métallique à base d'Al, Cu et leurs alliages. 50
13. Procédé selon l'une des revendications 1 à 12, **caractérisé en ce que** la préparation à base de pigments nacrés peut également contenir des pigments colorés ou des matières colorantes à raison de 0,1 à 30% en poids par rapport au pigment nacré. 55



Europäisches
Patentamt
European Patent
Office
Office Européen
de Brevets

Description of EP0803552

Print

Copy

Contact Us

Close

Result Page

Notice: This translation is produced by an automated process; it is intended only to make the technical content of the original document sufficiently clear in the target language. This service is not a replacement for professional translation services. The esp@cenet® Terms and Conditions of use are also applicable to the use of the translation tool and the results derived therefrom.

The invention concerns a procedure for the production of a Perl gloss pigment preparation (preparation) as Vorprodukt for Perl gloss pigment a containing printing ink.

Perl gloss pigment is usually dust or powdered in the trade. For the processing in the printing ink the Perl gloss pigment is mixed with a Bindemittel-Lösung and if necessary pressure-usual additives and the mixture is stopped to the viscosity necessary for the application in the compression matter. For the achievement of the soft Glanzeffekts also in the printing ink, typical for Perl gloss pigment, an as even distribution and an orientation of the Perl gloss pigment particles as possible are necessary in the bonding agent. In principle high shearing stresses are to be avoided with each processing of Perl gloss pigments. Therefore the Perl gloss pigment before the actual Dispergiervorgang must be pre-treated for the production of the printing ink over several hours with solvent (so-called. ?Sumps?). This procedure is time and concomitantly costly. Despite the pretreatment through ?sumps? and agitating cannot the desired even dispersion always be achieved and thus also the pressure fully not be satisfied.

Task of the invention is it to make Perl gloss pigment available for printing inks in a form that thereby the actual production of the printing ink and above all the expected pressure quality, D is substantially facilitated and simplified. h. a outstanding Perl gloss effect is reached.

This task is solved by the fact that the Perl gloss pigment is prepared by the procedure for a teilchenförmigen Vorprodukt of the printing ink, indicated in the requirement 1.

It turned out surprisingly that by a Vorbenetzung of the Perl gloss pigment particles with that bonding agent, which is necessary for the printing ink which can be processed or desired a substantially more rapid and even dispersion of the pigment particles in the Bindemittel-Lösung consulted with the actual production of the printing ink takes place. Apart from saving of time and an associated making flexible for the user this leads to a clear improvement of the Perlglanzes desired in the pressure. Surprisingly is this, because in view of being present the Perl gloss pigment preparation in rough particle form a more intensive mixing process is to be expected, in order to obtain a sufficiently even dispersion. For it the Vorbenetzung of the pigment particles with the appropriate bonding agent seems crucial to be, which remains surprisingly despite transfer of the paste into a compact particle form. Obviously pressing or compression of the paste arising with it leads even to a particularly intimate Vorbenetzung of the pigment particles with the bonding agent.

As bonding agents to the Vorbenetzung of the Perl gloss pigment all bonding agents usually which are applicable for printing inks come and/or. Bonding agent mixtures in consideration, as far as these are same or at least compatible with the binder system of the printing ink which is used in each case. Thus bonding agents on the basis can be used of the substances mentioned by cellulose, Polyacrylat Polymethacrylat, Alkyd, polyester, Polyphenol, urea, Melamin, polyterpen, polyvinyl, polyvinyl chloride, Polyvinylpyrrolidon resins, Polystyrolen, polyolefins, Cumaron Inden, hydrocarbon, Keton, aldehyde, aromatic formaldehyde resins, Carbamidsäure, sulfone amide, epoxy resins, PU and/or natural oils or derivatives. A particularly good Redispersierbarkeit of the Perl gloss pigment preparation according to invention showed up, if as bonding agent cellulose and/or. Cellulose connections to be used. Cellulose and/or. Cellulose connections lead evidently to an intensive Vorbenetzung of the Perl gloss pigment particles and result in thereby a printing ink before product, which can be dispersed again in a Bindemittel-Lösung compatible thereby with the production of the printing ink rapidly. This applies in particular to the Vorbenetzung with cellulose connections these obviously on the one hand the connection to the particles of the Perl gloss pigment, on the other hand the education of the paste supports there, from which by Kompaktieren the preparation in particle form is produced.

To the group of the cellulose and/or. Cellulose connections, which are suitable as particularly for the procedure according to invention, count nitrocellulose, alkyl cellulose, Hydroxycellulose, Hydroxialkylcellulose and Celluloseacetobutyrat.

The assigned quantity of bonding agents is not critical and lies within the range of 0,5 to 45 thread.-%, prefers 2 to 15 thread.-%.

Of importance however the viscosity of the mixture before the figuration of the preparation particles, stopped by addition of solvent for the bonding agent, is by Kompaktieren to the particle form, since with to high solvent content of the mixture the Perl gloss pigments are inclined strongly to the Separation of the Bindemittel-Lösung, while with a too high viscosity the wetting is considerably difficult incompletely and the figuration of particles.

The transfer of the Perl gloss pigment paste into a compact particle form can take place after different, the specialist common procedures, i.e. via Tablettieren, Brikettieren, Pelletieren, granulating or spraying granulating. In all these cases on the paste in a more or less viscous condition a pressing is exercised, which supports the initially described Vorbenetzung of the pigment particles with the bonding agent. Accordingly the particles have the form of tablets, briquettes, pellets, granulates, balls, small sausages or an other appropriate coarse-grained form. As compacting procedure injecting or extruding is particularly preferential.

During pressing the mixture or paste from Perl gloss pigment and Bindemittel-Lösung by a perforated tile, which takes place either chargenweise by means of pistons or continuously via an extrusion, particles in small sausage form develop. It can be ensured by the appropriate attitude of the viscosity of the mixture that the length of the particles adjusts itself by breaking off or tearing off when withdrawing from the perforated tile automatically. Separating the paste strands to particles, withdrawing from the perforated tile, can however also in well-known way by mechanical effect, z. B. via circulating separation measurers, take place. The Pelletieren or granulating effected in well-known way on Pelletiertellern or in granulation containers and usually leads to spherical preparation particles. First the particles manufactured in the way of pressing by a perforated tile can be reproduced additionally afterwards in the way of the Pelletieren or granulating. A Tablettieren or a Brikkieren takes place via presses of the paste in appropriate forms.

To a large extent to keep by afterwards to forming the preparation particles the taking place drying process the solvent contained in the bonding agent removed, so that the preparation particles show on the one hand a sufficient mechanical ruggedness, in order during the handling and in the case of transport their form, on the other hand with the contact with a Bindemittel-Lösung already during smallest mechanical effect (agitate) rapidly disintegrated and thus to disperse.

If the bonding agent is still sufficiently viscous after the distance of the solvent, in order to permit the Kompaktieren of the paste to the particle form, can be remembered to remove before the Kompaktieren by drying the solvent from the paste. If necessary the viscosity for the compacting procedure can be reduced by a rise in temperature of the paste.

The kind of the drying process of the particles manufactured by the Kompaktieren and/or. the paste and driving of the solvent out taking place via it depends essentially on the kind of the used solvent. Since most of the solvents, in particular in connection with the cellulose as bonding agents, which are applicable here, are volatile under the softening point of the bonding agent, the drying process can be accomplished at increased temperature. Can in the case of the drying process of the particles of be thought selecting the temperature close at the softening point of the bonding agent over thereby one at least in an outer zone of the particles using sintering with the bonding agent before-moistened and/or. coated Perl gloss pigment particles to cause. Thereby the resistance to deformation of the preparation particles is improved for the handling and the duration of transport.

The available invention is concerned also with Perl gloss pigment on basis of mica, like z. B. Muskovit, Biotit or synthetic mica, with a TiO_2 and/or a Fe_2O_3 -Beschichtung. If necessary still further Metalloxidschichten of the row can beyond that be contained B, aluminium, SI, CR, SN, Zn, Zr or Ce. Likewise it is possible for Perl gloss pigment with a coating of Titansuboxiden to use Titanoxinitriden and titanium nitrides or mixtures of it. Additionally to the metallic oxide coating also an allocation with coloring pigments or coloring materials on the Perl gloss pigment can be present. In addition a such koloristische arrangement is realizable by merging the Perl gloss pigments with coloring substances with the Anpassung.

In the context of the procedure according to invention also merging of Perl gloss pigments and Metallpigmenten in the desired preparation can be manufactured, since it showed up that a certain portion of Metallpigmenten does not impair the influence of the Vorbenetzung with the bonding agent. However the portion of Metallpigmenten is not to amount to any more than 20 weight % of the Perl gloss pigment portion. As Metallpigment all metals usual in the effect pigment sector are suitable such as aluminum, copper, zinc, tin and their alloys. Aluminum and gold bronze pigments are for this preferential.